



**PCT**  
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro  
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<b>(51) Internationale Patentklassifikation 5 :</b> <b>B01J 20/28, 20/22, C12H 1/04</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:</b> <b>WO 92/11085</b> <b>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:</b> 9. Juli 1992 (09.07.92)		
<table border="0" style="width: 100%;"><tr><td style="width: 50%; vertical-align: top;"><b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP91/01815 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 23. September 1991 (23.09.91)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> P 40 41 478.7                      22. Dezember 1990 (22.12.90) DE P 41 25 594.1                      2. August 1991 (02.08.91) DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> SCHENK-FILTERBAU GESELLSCHAFT MIT BE- SCHRÄNKTER HAFTUNG [DE/DE]; Bettringer Str. 42, D-7076 Waldstetten (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US) :</b> OECHSLE, Dietmar [DE/ DE]; Konrad-Adenauer-Str. 11, D-7070 Schwäbisch Gmünd (DE). BAUR, Wolfgang [DE/DE]; Hauptstr. 33, D-7076 Waldstetten (DE). GOTTHEHASKAMP, Lud- ger [DE/DE]; Staufenstr. 2, D-7071 Göggingen (DE).</td><td style="width: 50%; vertical-align: top;"><b>(74) Anwälte:</b> JACKISCH, Walter usw. ; Menzelstr. 40, D-7000 Stuttgart 1 (DE).  <b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AT (europäisches Patent), BE (euro- päisches Patent), BR, CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (eu- ropäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), SU*, US.  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></td></tr></table>			<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP91/01815 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 23. September 1991 (23.09.91)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> P 40 41 478.7                      22. Dezember 1990 (22.12.90) DE P 41 25 594.1                      2. August 1991 (02.08.91) DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> SCHENK-FILTERBAU GESELLSCHAFT MIT BE- SCHRÄNKTER HAFTUNG [DE/DE]; Bettringer Str. 42, D-7076 Waldstetten (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US) :</b> OECHSLE, Dietmar [DE/ DE]; Konrad-Adenauer-Str. 11, D-7070 Schwäbisch Gmünd (DE). BAUR, Wolfgang [DE/DE]; Hauptstr. 33, D-7076 Waldstetten (DE). GOTTHEHASKAMP, Lud- ger [DE/DE]; Staufenstr. 2, D-7071 Göggingen (DE).	<b>(74) Anwälte:</b> JACKISCH, Walter usw. ; Menzelstr. 40, D-7000 Stuttgart 1 (DE).  <b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AT (europäisches Patent), BE (euro- päisches Patent), BR, CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (eu- ropäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), SU*, US.  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>
<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP91/01815 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 23. September 1991 (23.09.91)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> P 40 41 478.7                      22. Dezember 1990 (22.12.90) DE P 41 25 594.1                      2. August 1991 (02.08.91) DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> SCHENK-FILTERBAU GESELLSCHAFT MIT BE- SCHRÄNKTER HAFTUNG [DE/DE]; Bettringer Str. 42, D-7076 Waldstetten (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US) :</b> OECHSLE, Dietmar [DE/ DE]; Konrad-Adenauer-Str. 11, D-7070 Schwäbisch Gmünd (DE). BAUR, Wolfgang [DE/DE]; Hauptstr. 33, D-7076 Waldstetten (DE). GOTTHEHASKAMP, Lud- ger [DE/DE]; Staufenstr. 2, D-7071 Göggingen (DE).	<b>(74) Anwälte:</b> JACKISCH, Walter usw. ; Menzelstr. 40, D-7000 Stuttgart 1 (DE).  <b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AT (europäisches Patent), BE (euro- päisches Patent), BR, CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (eu- ropäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), SU*, US.  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>			
<b>(54) Title:</b> METHOD OF MANUFACTURING STABILIZING AND/OR FILTERING AUXILIARIES FOR USE IN THE PROCESSING OF LIQUIDS, IN PARTICULAR DRINKS  <b>(54) Bezeichnung:</b> VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON STABILISIER- UND/ODER FILTERHILFSMITTELN ZUR BEHANDLUNG VON FLÜSSIGKEITEN, INSBESONDERE GETRÄNKEN  <b>(57) Abstract</b>  The invention concerns a method of processing liquids using fine to very fine organic and/or inorganic granular particles, the invention calling for the particles first to be mixed and compressed together to form an agglomerate, which is subsequently heated at least to a temperature near its melting point. The particles are then fixed in place by subjecting them to a process similar to sintering for a suitable length of time, the resulting agglomerate being screened, or ground in a grinder, to give a particle size suitable for the intended use. This enables stabilizing and filtering auxiliaries to be produced with predetermined or predictable physical or chemical properties suitable for specific processes.  <b>(57) Zusammenfassung</b>  Bei dem Verfahren zur Behandlung von Flüssigkeiten werden feine bis feinste organische und/oder anorganische körnige Partikel verwendet, wobei gemäß der Erfindung die Partikel zur Agglomeration in einem ersten Verfahrensschritt gemischt und zusammengepreßt und mindestens bis in die Nähe ihres Schmelzpunktes erhitzt werden. Danach werden die Partikel bei angepaßter Verweilzeit nach Art einer Sinterung fixiert, worauf das entstandene Agglomerat in einer seiner Verwendung entsprechenden Korngröße gesichtet bzw. in einem Mahlaggregat zerkleinert wird. Damit können Stabilisierungs- und Filterhilfsmittel mit vorbestimmten verfahrensspezifischen bzw. vorgebbaren physikalischen bzw. chemischen Eigenschaften hergestellt werden.				

# + BESTIMMUNGEN DER "SU"

Die Bestimmung der "SU" hat Wirkung in der Russischen Föderation. Es ist noch nicht bekannt, ob solche Bestimmungen in anderen Staaten der ehemaligen Sowjetunion Wirkung haben.

## *LEDIGLICH ZUR INFORMATION*

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	ES	Spanien	ML	Mali
AU	Australien	FI	Finnland	MN	Mongolei
BB	Barbados	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BE	Belgien	GA	Gabon	MW	Malawi
BF	Burkina Faso	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BG	Bulgarien	GN	Guinea	NO	Norwegen
BJ	Benin	GR	Griechenland	PL	Polen
BR	Brasilien	HU	Ungarn	RO	Rumänien
CA	Kanada	IT	Italien	SD	Sudan
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SU <sup>+</sup>	Soviet Union
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	TD	Tschad
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TG	Togo
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DE	Deutschland	MC	Monaco		
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		

- 1 -

Verfahren zur Herstellung von Stabilisier- und/oder  
Filterhilfsmitteln zur Behandlung von Flüssigkeiten,  
insbesondere Getränken

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Stabilisier- und/oder Filterhilfsmitteln zur Behandlung von Flüssigkeiten, insbesondere Getränken, unter Verwendung feiner bis feinsten organischer und/oder anorganischer körniger Partikel.

Bei der Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere Getränken, werden zur Abscheidung unerwünschter fester Teilchen Rohstoffe natürlichen Ursprungs wie Kieselguren, Perlite, Zellstoffe, in großem Umfange eingesetzt, weil es bisher in der Praxis nicht gelungen ist, andere Stabilisier- bzw. Filterhilfsmittel, beispielsweise synthetische, herzustellen, die im Vergleich zu den Rohstoffen natürlichen Ursprungs wenigstens annähernd gleichwertige Strömungs-, Filtrations- oder befriedigende Recyclingeigenschaften haben. Die bekannten Filtrationsverfahren haben daher den Nachteil, daß die vorgenannten Filterhilfsmittel nicht regenerierbar sind, in großen Mengen anfallen und somit eine erhebliche Belastung für die Umwelt bilden, da sie auf Deponien gelagert werden müssen.

Es ist bekannt, nach dem Vorklären von Flüssigkeiten, wie Bier, eine Stabilisierung durchzuführen, indem Polyphenole adsorbierende Stabilisierungsmittel wie Polyvinylpyrrolidon (PVPP), gegebenenfalls in Kombination mit Eiweißstoffe adsorbierenden Stabilisierungsmitteln, zugegeben werden (PCT WO86/05511).

Es ist auch aus DE 36 26 378 Al ein Verfahren für die Anschwemmfiltration von Getränken, insbesondere von Bier, bekannt, bei welchem ein chemisch regenerierbares Filtermaterial, nämlich pulverförmiges Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), und zwar vorherrschend aus  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Pulver, als Rohstoff für Schichtenfilter oder Filterschichten verwendet wird. Da diese Stoffe ebenfalls sehr unterschiedliche Dichten haben, lassen sich Filterkuchen mit wenigstens annähernd homogenen Eigenschaften kaum oder nur unzulänglich aufbauen. Ein weiterer Nachteil bekannter Mischungen von schweren und leichten Stoffen besteht darin, daß sich diese bei dynamischen Einwirkungen während des Filterprozesses, beispielsweise durch unvorhergesehene Druckstöße, oder beim Transport leicht entmischen. Bei der bekannten, heute üblichen Anschwemmfiltration ist man darüberhinaus hinsichtlich der Einstellung der Filterhilfsmittel auf das jeweilige Unfiltrat eingeschränkt und es ist in der Praxis wegen der Probleme der Vermischung der Filterhilfsmittel kaum möglich, die erwünschte und notwendige Gleichmäßigkeit der Anschwemmung und damit definierte Filterkuchen nach Kuchenhöhe, Permeabilität usw. zu erreichen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Verfahren zur Behandlung von Flüssigkeiten, insbesondere Getränken, anzugeben, mit denen mittels feiner bis feinsten organischer

- 3 -

bzw. anorganischer Partikel Stabilisierungs- und Filterhilfsmittel mit vorbestimmten verfahrensspezifischen bzw. vorgebbaren physikalischen und gegebenenfalls chemischen Eigenschaften hergestellt werden können, so daß es möglich ist, qualitativ hochwertige Stabilisierungen und Filtrationen auch im sogenannten Recyclingverfahren mit apparativ einfachen Vorrichtungen durchzuführen.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren nach dem Gattungsbegriff des Anspruches 1 durch dessen kennzeichnende Merkmale gelöst.

Vorteilhaft läßt sich das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von Getränke-Stabilisierungsmitteln vorbestimmter Korngröße und Stabilität mittels organischer, körniger Partikel synthetischen Ursprungs ausführen. Hierfür geeignet sind beispielsweise PVPP und/oder Kunststoffgranulate, wie PE-Granulat, und/oder modifizierte Zellulose. Die organischen synthetischen Partikel können dabei unterschiedliche Kornfraktionen haben, und zwar vorzugsweise zwischen 0,1 µm bis ca. 10 µm und/oder solche zwischen 10 µm bis ca. 50 µm bzw. solche, die größer als 50 µm sind, wobei diese unterschiedlichen Kornfraktionen auch in bestimmten Fällen vermischt sein können.

Die Agglomeration solcher organischer Partikel synthetischen Ursprungs zur Herstellung von Stabilisierungsmitteln bestimmter Korngröße und Stabilität läßt sich erfindungsgemäß in der Weise durchführen, daß die Partikel einer Kompaktierung (vgl. Ullmann, Band 2, S. 313 bis 343) unterworfen werden, derart, daß sie z.B. in einer Preßschnecke, die dem Kompaktiergerät vorgeschaltet ist, bei Temperaturen in der Nähe des Schmelzpunktes, beispielsweise von 140 bis

260°C für eine bestimmte Dauer, beispielsweise von 10 bis 120 Minuten, vorgepreßt und erhitzt werden. Danach werden die Partikel einer bestimmten Sintertemperatur, die beispielsweise bei 160 bis 170°C liegen kann, und einer darauf abgestimmten Verweilzeit von vorzugsweise 0,1 bis 5 Minuten in den Kompaktierwalzen zu Agglomeraten zusammengesintert. Das so entstandene Agglomerat wird danach mit Mahl- und/oder Sichtaggregaten in eine gewünschte Partikelfraktion überführt. Es lassen sich damit Filterstoffe insbesondere zur Agglomeration von Flüssigkeiten wie Bier oder dgl. herstellen, die durch und durch vorbestimmte, also homogene, Eigenschaften beispielsweise hinsichtlich ihrer Dimensionierung bzw. ihrer Kompaktheit haben und sich im Vergleich zu bekannten Stabilisierungsmitteln nicht entmischen. Da durch das erfindungsgemäße Verfahren die erwähnten organischen Partikel, wie PVPP, zu größeren Partikeln agglomert werden können, bietet das Verfahren auch die Möglichkeit, organische Partikel in feinsten Form, beispielsweise als Stäube, die auf dem Markt billig eingekauft werden können, zu qualitativ hochwertigen Stabilisierungsmitteln vorbestimmter Eigenschaften, wie Korngröße, Stabilität usw., zu verarbeiten. Beispielsweise kann feinkörniges PVPP mit einer Korngröße von 0,1 µm bis 50 µm in eine Fraktion der Korngröße von 60 µm bis 120 µm überführt werden, indem das feine PVPP in der Preßschnecke bei einer Temperatur von 165°C 60 Minuten lang erhitzt und gleichzeitig vorgepreßt wird. Danach wird es zwischen den Kompaktierwalzen bei einer Sintertemperatur von ca. 175°C und einem durch die Walzen ausgeübten Preßdruck von ca. 1000 N/cm<sup>2</sup> innerhalb kurzer Zeit von etwa einer Minute zusammengesintert. Das so entstandene Produkt kann in einem nachgeschalteten Klassiergerät, beispielsweise einem Zyklon oder einem Windsichtgerät, weiterbehandelt werden, indem die agglomertierten

Partikel innerhalb des gewünschten Korngrößenspektrums abgetrennt werden. Das bei der Zerkleinerung im Klassiergerät entstandene Feinkorn kann erneuter Kompaktierung bzw. Agglomeration zugeführt werden, während das zu grobe Korn solange zerkleinert wird, bis die gewünschte Korngrößenverteilung, im angegebenen Beispiel bis zu einer Kornfraktion von 60 bis 120 µm erreicht ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch zur Herstellung vielseitig verwendbarer, agglomerierter Filterhilfsmittel mit gezielten, also einem jeweiligen bestimmten Einsatzzweck angepaßten, physikalischen bzw. chemischen Eigenschaften erweitert werden. Erfindungsgemäß werden hierzu in dem ersten Verfahrensschritt feinkörnige organische Partikel synthetischen Ursprungs, beispielsweise feinkörniges PVPP, mit organischen Fasern synthetischen Ursprungs, beispielsweise Polypropylen (PP)- und/oder Polyethylen (PE)-Synthesepulp oder High-Density-Polyethylen (HDPE), High-Density-Polypropylen (HDPP), halogenierte Polyethylene, Polyoxy-methylen oder Polyamide, in einer Misch- oder Homogenisiereinrichtung derart vermischt bzw. homogenisiert, daß sich feinste Teilchen der körnigen Partikel, also des Granulats, adhäsiv an die feuchten Oberflächen der Fasern anlegen. Danach wird das Gemisch bei Temperaturen in der Nähe des Schmelzpunktes der niederschmelzenden Komponente, also der Komponente, die zuerst schmilzt, fixiert und nachdem das Benetzungswasser verdampft ist, die feinen Teilchen zusammengesintert. Anschließend wird das zusammengesinterte agglomerierte Material wieder in einem Zerkleinerungsgerät, beispielsweise einer Stiftmühle, zerkleinert und ebenfalls über eine nachgeschaltete Klassiereinrichtung (Zyklon, Windsichter oder dgl.) innerhalb des gewünschten Korngrößenspektrums getrennt. Anstelle einer Mischung mit den vor-

stehend erwähnten organischen Partikeln synthetischen Ursprungs können auch solche natürlichen Ursprungs, beispielsweise Zellstoff- und/oder Stärkepartikel, als feinkörnige Mischkomponente verwendet werden. Ebenso sind anorganische körnige Partikel, beispielsweise Kieselguren, Perlite, hochkalzinierte, lauge- und säurebeständige Oxide, wie beispielsweise  $\alpha$ -Aluminiumoxid, Zirkondioxid, Titandioxid und/oder Zeolithe oder dgl. Stoffe, geeignet. Denkbar ist auch, daß die beschriebenen Partikel zur Erzielung bestimmter Zusammensetzungen bzw. Eigenschaften gemischt angewandt werden.

In entsprechender Weise kann auch die faserige Komponente bei dem beschriebenen Verfahren synthetischen Ursprungs durch natürliche Fasern ersetzt werden. Geeignet sind hierzu z.B. nahezu lauge- und säurebeständige  $\alpha$ -Zellstofffasern, die chlor- oder wasserstoffperoxidgebleicht und naß bzw. trocken konditioniert sind. Vorteilhaft haben diese Fasern ebenso wie die organischen Fasern synthetischen Ursprungs im allgemeinen eine Faserlänge von wenigen Mikrometern bis zu 5000  $\mu\text{m}$  und eine Faserdicke von etwa 0,1  $\mu\text{m}$  bis 50  $\mu\text{m}$ . Anstelle der organischen Fasern synthetischen oder natürlichen Ursprungs können für sich oder in Mischung mit diesen auch anorganische Fasern verwendet werden. Hierfür geeignet sind beispielsweise Glasfasern, Kohlenstoff-Aluminiumoxid oder Metallfasern. Diese Fasern sollten gleichfalls eine Faserlänge von wenigen Mikrometern bis 5000  $\mu\text{m}$  und Faserdicken von etwa 0,1 bis 50  $\mu\text{m}$  haben. Es könnten auch feingemahlene Edelstahlteilchen in Form von Stäuben oder Partikeln beispielsweise in einer Dicke von 0,1 bis 0,5  $\mu\text{m}$  verwendet werden. Besonders geeignet sind beispielsweise hydrophile Thermoplastfibrillen mit einem Wassergehalt von 0 bis 60 %, vorzugsweise zwischen 30 bis 50 %. Dabei empfiehlt es



sich, die feinfaserigen Thermoplastfibrillen mit annähernd paralleler Faserlage - also geöffnet - zu verwenden.

Vorteilhaft wird die Erhitzung der Mischung aus feinkörnigem Material und feuchten, hydrophilen thermoplastischen Fibrillen langsam bei ansteigenden Temperaturen durchgeführt, damit der Wasseranteil vollständig verdampft. Die Thermoplastfibrillen selbst können eine Faserlänge von 0,05 bis 5 mm, vorzugsweise zwischen 1 bis 1,5 mm, haben. Es hat sich gezeigt, daß es von Vorteil ist, wenn während des Erhitzungsvorganges die Mischung beispielsweise durch Rühren oder mittels Wirbelbett in Bewegung gehalten wird, wobei die Erhitzungsphase auch in einer inerten Atmosphäre, beispielsweise einer Stickstoffatmosphäre, stattfinden kann.

Mit Hilfe der Temperaturführung, die je nach Schmelzpunkt der Thermoplastkomponente von 100°C bis 270°C betragen kann, und je nach Dauer der Hitzebehandlung unter Berücksichtigung der statischen oder dynamischen Bedingungen (Rühren, Wirbelbett usw.) wird während der Erhitzung sichergestellt, daß die wirksamen Oberflächen der agglomerierten Partikel erhalten bleiben bzw. sehr poröse, filtrationsaktive Strukturen gebildet werden. Die erwähnte feinkörnige, anorganische Granulatkomponente und pulverförmiges  $\alpha$ -Aluminiumoxid ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ist zur Anschwemmfiltration von Getränken besonders geeignet. Als feinkörnige Granulatkomponente kann auch fein und trocken gemahlene Zellulose mit einer Dicke zwischen 0,1 bis 0,5 mm und einer Körnung von 0,1 bis 100  $\mu$ m, bevorzugt zwischen 1 bis 80  $\mu$ m, verwendet werden. Die Durchführung der Erhitzungsphase in inerter Atmosphäre wird angewandt, wenn eine Oxidation und damit eine unerwünschte Farbänderung während des Sintervorganges vermieden werden soll. Dabei kann das inerte Gas (Stickstoff, Helium oder dgl.) im Kreislauf wieder zurückgewonnen werden.

Durch entsprechende Einstellung des Mischungsverhältnisses der zu agglomerierenden Stoffe bzw. durch entsprechende Steuerung der Temperatur während der Erhitzungsphase lassen sich die zu agglomerierenden Stoffe hinsichtlich ihrer Porosität und ihrer aktiven Oberfläche auf die vorgesehene Einsatzart einstellen, wobei die Oberfläche beispielsweise bei Verwendung von PVPP in ihren Adsorptionseigenschaften erhalten bleibt. Sehr gute Ergebnisse beim Stabilisieren von Getränken oder anderen Flüssigkeiten können somit erreicht werden.

Die Vorteile des beschriebenen Verfahrens, bei dem eine feinkörnige Komponente und eine faserige Komponente der vorstehend angegebenen Stoffarten zu Agglomerationen zusammengesintert werden, erhält man auch durch eine ähnliche Verfahrensweise, die in gleicher Weise zur Herstellung von Filterhilfs- und Stabilisierungsmitteln für Flüssigkeiten, insbesondere Getränke, geeignet ist. Die vorstehend angegebenen feinkörnigen organischen Partikel synthetischen Ursprungs (z.B. feinkörnig vernetztes PVPP, PE-Granulat, modifizierte Zellulose oder dgl.) werden mit den genannten organischen Fasern synthetischen Ursprungs (beispielsweise Kunststofffasern aus PE, PP, HDPP, HDPE usw.) nach vorheriger intensiver Mischung einer Kompaktiermaschine zugeführt, wobei die Betriebstemperatur während einer bestimmten Verweilzeit in der Nähe der niederschmelzenden Komponente gehalten wird und danach das entstandene Agglomerat mit Mahl- und Mischaggregaten in gewünschte Korngrößenfraktionen überführt wird. Auch hier können Partikel, vorzugsweise mit unterschiedlichen Kornfraktionen von 1 µm bis ca. 10 µm oder zwischen 10 µm bis etwa 50 µm bzw. größer als 50 µm verwendet werden. Um z.B. Agglomerate aus feinkörnigem PVPP und

PE-Fasern von einer Größe von 30 bis 200  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise zwischen 60 bis 120  $\mu\text{m}$ , zu erhalten, werden die beiden Komponenten gemischt bzw. homogenisiert, danach bei einer Temperatur von ca. 125°C etwa 60 Minuten lang in einer Preßschnecke erhitzt und vorgepreßt. Zwischen den Kompaktierwalzen wird auch bei diesem Beispiel zweckmäßig eine Temperatur von etwa 135°C und ein Anpreßwalzendruck von etwa 1000 N/cm<sup>2</sup> derart aufrechterhalten, daß die Komponenten innerhalb der kurzen Zeit von etwa einer halben Minute zusammensintern. Anschließend wird dann ebenfalls das gesinterte Material zerkleinert und klassiert. Mit diesem Verfahren wird der Bindungsmechanismus zwischen den gewählten Materialien, PVPP und einem PP- und/oder einem PE-Synthesepulp, ausgenutzt.

In weiterer Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens lassen sich Stabilisier- und/oder Filterhilfsmittel zur Behandlung von Flüssigkeiten, insbesondere Getränken, unter Verwendung feiner organischer und/oder anorganischer körniger Partikel dadurch insbesondere für die Anschwemm- und/oder Kuchenfiltration herstellen, wenn körnige organische Partikel natürlichen oder synthetischen Ursprungs - also beispielsweise Zellstoff-, PE-, PVPP-Partikel usw. - oder anorganische Partikel, beispielsweise Kieselguren, Perlite, hochkalzinierte Oxide (z.B.  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , Zirkoniumdioxid), Kohlenstoffpartikel usw. oder Mischungen hiervon oder auch Fasern natürlichen Ursprungs, wie Zellstofffasern bzw. organische Fasern synthetischen Ursprungs (PE, PP, HDPE, HDPP, Polyamide usw.), wie schon beschrieben, ebenso aber auch anorganische Fasern aus Glas ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) oder Metall, beispielsweise Edelstahl, die eine Größenordnung von wenigen Mikrometern bis ca. 5000  $\mu\text{m}$  Länge und eine Dicke von 0,5  $\mu\text{m}$  bis 50  $\mu\text{m}$  haben können, in einem Trockenturm oder einer Wirbel-

schicht mit einem Bindemittel besprühen. Als Bindemittel können Melaminformaldehyd- oder auch Epichlorhydrin-Harze bzw. oder geeignete Thermoplaste dienen. Hierbei werden während des Agglomerationsprozesses die aufgesprühten Bindemittel (Coatingmittel) in den Trockenturm bzw. in die Wirbelschicht gesprüht und bei einer bestimmten Temperatur auf den Partikeln auskondensiert. Die entstandenen ge-coateten Partikel werden anschließend einer Fraktionierung mittels Mahlung und Sichtung zugeführt. Die beschichteten agglomerierten Teilchen werden dann in die vorgesehene Korngröße, beispielsweise durch Mahlen, zerkleinert und so einer gewünschten Fraktionierung zugeführt. Die auf diese Weise hergestellten Filtermittel sind außer zur Anschwemmfiltration besonders für die Kuchenfiltration geeignet, bei der die losen Filterhilfsmittel im Filtrationsgerät vor dem Filtrervorgang angeschwemmt werden. Für eine Schichtenfiltration, bei der vorfabrizierte Filterkuchen angewandt werden, ist diese Verfahrensweise nicht vorgesehen.

Die nach den erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Filterhilfs- und Stabilisiermittel können erfindungsgemäß als Anschwemmmittel sowohl bei der Filtration von Getränken als auch bei der Anschwemmfiltration pharmazeutischer, gegebenenfalls auch chemischer Flüssigkeiten verwendet werden. Dabei können die regenerierbaren Filtermittel nach einem Filtrationszyklus regeneriert und erneut als Filtermittel bei der Anschwemmfiltration eingesetzt werden. Die Anschwemmfiltration wird beispielsweise bei der Separation von partikulären und kolloidalen Teilchen (Hefen bzw. Trubstoffen) bei Getränken wie Saft, Bier und Wein in Horizontalfiltern, Plattenfiltern, Rahmenfiltern, Kerzenfiltern angewendet. Hierbei wird in bekannter Weise zunächst eine bestimmte Menge des homogenen, in seinen Eigenschaften

definierten, erfindungsgemäß hergestellten Filterhilfsmittels in das Unfiltrat oder in Wasser suspendiert (beispielsweise 100 g bis 3000 g/m<sup>2</sup>) und dann in bekannter Weise auf eine Unterlage, z.B. Filterplatten, vorangeschwemmt. Danach wird dem Unfiltratstrom eine bestimmte Menge, beispielsweise 50 bis 500 g/hl dieser Filtermediumsuspension kontinuierlich solange zudosiert, bis der Trubraum des Filters erschöpft oder der zulässige Kesseldruck erreicht ist. Nach Beendigung der Filtration wird der Filter leergedrückt, der gebildete Filterkuchen im Filter regeneriert und in ein sogenanntes Vorlage- oder Dosiergefäß zurückgeführt. Dort wird es unter Zuführung von Wasser resuspendiert und kann erneut für die Anschwemmfiltration eingesetzt werden. Es ist erfindungsgemäß auch möglich, den Filterkuchen im Vorlagegefäß unmittelbar zu regenerieren, wobei die regenerierten und resuspendierten Partikel im Filter für die Freispülung von Regeneriermitteln angeschwemmt werden müssen. Sie werden dann erneut in das Dosiergerät zurückbefördert und danach für eine weitere Anschwemmfiltration eingesetzt.

Der entscheidende Vorteil der Verwendung von Filterhilfs- und Stabilisierungsmitteln gemäß der Erfindung für die Anschwemmfiltration ist, daß jede mögliche Einstellung in Abhängigkeit vom Unfiltrat und der anzuwendenden Verfahrenstechnik möglich ist, indem das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel von vornherein so zusammengestellt, also aufgebaut, werden kann, daß es auf die Bedürfnisse des jeweiligen Unfiltrates ausgerichtet werden kann. Während bei der Anschwemmung mit Kieselgur, also bei der Kieselgurfiltration, Anschwemmungen in Höhe von 25 bis höchstens 40 mm möglich waren, können erfindungsgemäße Hilfsmittel bis zu 60 mm Dicke angeschwemmt werden. Die Erhöhung des Anschwemmfilterkuchens führt gleichzeitig zur Verbesserung der

Filterapparaturen, die konstruktiv vereinfacht und kleiner dimensioniert werden können, wobei gleichzeitig erreicht wird, daß die bisherigen Probleme der Vermischung und der ungleichmäßigen Anschwemmung bei herkömmlichen Filtermitteln durch die erfindungsgemäßen Stabilisier- und Filtermittel behoben sind; diese können nunmehr auf die Bedürfnisse des Unfiltrats ausgerichtet werden, indem gezielt bestimmte Filterkuchen mit vorgegebener Permeabilität, Kuchenhöhe usw. herstellbar sind.

Es hat sich gezeigt, daß die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Filterhilfsmittel mit Vorteil auch für die Kuchen- und/oder Tiefenfiltration im Getränkebereich, aber auch im pharmazeutischen und chemischen Bereich verwendet werden können. Bei der Behandlung von Getränken sind sie besonders zur Separation von partikulären und/oder kolloidalen Teilchen geeignet.

So können erfindungsgemäß für die Kuchen- und/oder Tiefenfiltration vorzugsweise regenerierbare nach der Erfindung hergestellte Filtermittel eingesetzt werden. Die Regenerierung erfolgt nach einem Filtrationszyklus; die Filtermittel lassen sich nach jeder Regenerierung erneut bei der Kuchen- und/oder Tiefenfiltration einsetzen. Beispielsweise kann dies im Anschluß an die vorbeschriebene Anschwemmfiltration erfolgen, um kolloide und/oder partikuläre Partikel abzuscheiden. Dabei wird in an sich bekannter Weise so verfahren, daß das im Unfiltrat oder im Wasser suspendierte erfindungsgemäße Filtermittel auf Filterelementen bis zu einer gewünschten Filterkuchendicke, beispielsweise von ca. 20 bis 50 bzw. 60 mm, angeschwemmt wird. Je nach der zu filtrierenden Flüssigkeit wird der Filterkuchen sterilisiert und/oder entwässert und damit komprimiert. Es kann dann bis

zu einer Druckdifferenz von ca. 4 bar filtriert werden. Nach Beendigung der Filtration wird der Filter leergedrückt, der Filterkuchen im Filter regeneriert und eine weitere Kuchen- und/oder Tiefenfiltration kann sich hieran anschließen.

Nach drei bis sechs Filtrations- und Regenerationszyklen wird der Filterkuchen in ein Dosier- bzw. Vorlagegefäß zurückgeführt, dort resuspendiert und kann dann erneut für eine Kuchen- und/oder Tiefenfiltration verwendet werden. Auch hier kann alternativ der Filterkuchen im Vorlagegefäß regeneriert werden, wobei die regenerierten und resuspendierten Partikel im Filter für die Freispülung von Regenerierungsmitteln angeschwemmt werden müssen.

Wie bereits dargelegt, besteht der Nachteil der bekannten Anschwemm- bzw. Filterhilfsmittel, wie insbesondere Kieselsäure, Perlite, Zellstoffe, darin, daß es nicht möglich war, diese Filterteilchen durchgehend homogen und in einer dem jeweiligen Unfiltrat angepaßten Teilchengröße einzusetzen, so daß ein Konglomerat zufällig vermischter und gestalteter Filterteilchen zur Filterung zur Verfügung stand. Die erfindungsgemäße Verfahrenstechnik ermöglicht es nunmehr, sozusagen genau vorkonstruierte Filterteilchen herzustellen, die nicht nur höhere Anschwemmungen auf Filterelementen in üblichen Filterkesseln erlauben, sondern auch neue Anwendungstechniken bei der Stabilisierung von Getränken, wie Bier, Saft, Wein oder dgl., ermöglichen. Bei einer solchen werden erfindungsgemäß die Stabilisier- bzw. Filterhilfsmittel, beispielsweise PVPP-Partikel, in einer Filtersäule unter Zudosierung im Unfiltratstrom angeschwemmt und der angeschwemmte Filterkuchen in Säulenform regeneriert und anschließend in einer Dosiervorrichtung, beispielsweise einem Dosiergefäß, ausgetragen. Danach kann das angeschwemmte Ma-

terial zur Resuspension derart verwendet werden, daß die PVPP-Partikel erneut in einer Säule angeschwemmt werden. Dies kann mit Vorteil in der Weise geschehen, daß mindestens zwei Filtersäulen kontinuierlich betrieben werden, indem in der einen Säule gefiltert bzw. stabilisiert und in der anderen Säule gleichzeitig regeneriert wird. In Fig. 1 ist an einem Schema die PVPP-Stabilisierung in einer Filtersäule dargestellt.

Vor Stabilisierungsbeginn werden die Stapeltanks STAD 1 und STAD 2 zum Ansetzen der etwa 10 gew.-%igen PVPP-Suspensionen mit Wasser und PVPP, das nach einem der obigen Agglomerationsverfahren hergestellt ist, gefüllt. Das Wasser wird über die Ventile 1, 3, 18 mit der Speisepumpe P1 in die Tanks gepumpt; das PVPP wird beim ersten Ansatz manuell durch Mannlöcher in den Tankdeckeln zugegeben. Die Rührer in den STAD 1 und STAD 2 halten die Suspension homogen.

Nach der Sterilisierung der Anlage wird die Filtersäule 1 mit Kohlendioxid über Ventil 6 vorgespannt und mit Unfiltrat über die Ventile 1, 2, 10 gefüllt. Ventil 6 wird beim Auffüllen zur Entlüftung geöffnet.

Bei der Voranschwemmung wird mit der Pumpe DP1 PVPP-Suspension in den Kreislauf, der bei Schaltung der Ventile 5, 10, 4 geöffnet ist, zudosiert.

Hiernach wird auf Stabilisierung umgestellt, wobei mit DP1 PVPP-Suspension in den von P1 geförderten Unfiltratstrom bei Schaltung der Ventile 1, 4, 5, 8 dosiert wird.

Bei kontinuierlicher Verfahrensweise der Anlage wird nach Erschöpfung der Filtersäule 1 der Unfiltratstrom zur Stabi-



lisierung auf Filtersäule 2 umgelenkt, die bei der vorangegangenen Regeneration für eine Stabilisierung vorbereitet wurde. Die Regeneration von Filtersäule 1 verläuft parallel zur Stabilisierung in Filtersäule 2.

Das zu stabilisierende Getränk wird mit Inertgas über Ventil 6 durch die Filtersäule über Ventil 8 in einen in der Zeichnung nicht dargestellten Puffertank gedrückt. Mit der CIP-Pumpe (CIP = clean in place, also mit automatischer Reinigung im installierten Zustand) und den angesteuerten Ventilen 7 und 8 wird nun die Filtersäule 1 mit Heißwasser ( $T > 80^{\circ}\text{C}$ ) gefüllt. Dieses Wasser wird mit heißer ca. 1 %-iger Natronlauge ( $T > 80^{\circ}\text{C}$ ) in den Abwasser-Kanal verdrängt; es schließen sich Heiß- und Kaltwasserspülungen sowie eine Säurespülung an. Mit Inertgas wird das PVPP über das Austragventil 9 in den Stapeltank (STAD 1) zurückbefördert. Hierauf schließt sich eine Voranschwemmung wie vorstehend beschrieben an.

Ist die Filtersäule 2 erschöpft, wird der Unfiltratstrom zur Stabilisierung zur Filtersäule 1 umgelenkt und parallel zur Stabilisierung wird Filtersäule 2 regeneriert.

Mit dieser Verfahrensweise lassen sich Filtersäulen bis zu einer Höhe von 1,5 m und einem Durchmesser bis zu 1,5 m anschwemmen. Solche Filterkuchen, beispielsweise aus PVPP, sind regenerierbar und lassen sich danach in Dosiergefäße austragen, wo sie resuspendierbar sind und nach ihrer Regeneration erneut in einer Säule angeschwemmt werden können. Wie Fig. 1 zeigt, läßt sich dieses Verfahren besonders wirtschaftlich einsetzen, wenn mindestens zwei Säulen kontinuierlich betrieben werden, indem mit einer Säule gefiltert und mit der anderen gleichzeitig regeneriert wird.

Eine weitere erfindungsgemäße Verfahrenstechnik zur Stabilisierung von Getränken, insbesondere von Bier, Saft, Wein, unter Verwendung von Stabilisier- und/oder Filterhilfsmitteln, die insbesondere nach den beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt sind, läßt sich unter Anwendung von Anschwemmsäulen erfindungsgemäß dadurch erreichen, daß die Stabilisierungs- und/oder Filterhilfsmittel in mehr als drei Filtersäulen, und zwar bis zu hundert Filtersäulen in der Weise vorgelegt werden, daß eine bestimmte Menge des Unfiltrats solange durch eine der Säulen geleitet wird, bis diese zu etwa 80 % ihres Adsorptionsvermögens erschöpft ist. Danach wird der Unfiltratstrom in eine andere Regeneriersäule eingeleitet, bis deren Adsorptionsvermögen ebenfalls zu etwa 80 % erschöpft ist, wobei in dieser Weise kontinuierlich nach und nach alle vorhandenen, noch nicht erschöpften, also regenerierten, Säulen zugeschaltet werden, während parallel hierzu die bereits erschöpften Säulen ebenfalls kontinuierlich nacheinander wieder regeneriert werden. Eine schematische Darstellung der PVPP-Stabilisierung im statischen Säulenverfahren zeigt Fig. 2.

In den Säulen 1 bis 7 ist jeweils eine bestimmte, dem Volumen der Säule angepaßte PVPP-Menge als Suspension oder in trockener Form vorgelegt, die nach einem der obigen Agglomerationsverfahren hergestellt ist.

Während der kontinuierlichen Fahrweise sind mehrere Säulen der Stabilisierung und mehrere Säulen der Regeneration zugeschaltet.

Der Unfiltratstrom wird zum Beispiel durch die Säulen 1 bis 3 geleitet und verläßt diese stabilisiert, wenn die Ventile 2, 18, 16, 14, 20, 22, 24, 4 angesteuert werden.

Bei etwa 80 %-iger Erschöpfung der Säule 1 wird Säule 4 durch Schaltung der Ventile 12 und 16 in die Stabilisierungsphase aufgenommen. Säule 1 wird bei 100 %-iger Erschöpfung durch Schließen der Ventile 18 und 20 der Regeneration zugewiesen. Ist Säule 2 etwa 80 %-ig erschöpft, wird Säule 5 durch Schaltung der Ventile 10 und 28 in die Stabilisierungsphase aufgenommen; Säule 2 wird bei 100 %-iger Erschöpfung durch Schließen der Ventile 16 und 22 der Regeneration zugewiesen.

Auf diese Weise werden sämtliche Säulen sukzessive in die Stabilisierungs- oder Regenerationsphase geführt.

Die Regeneration beginnt bei Säule 1 zum Beispiel, wenn die Ventile 18 und 20 geschlossen wurden. Das in der Säule verbliebene Unfiltrat wird entweder mit Inertgas in einen Puffertank gedrückt oder mit Wasser verdrängt.

Hieran schließt sich eine Heißwasser-, Natronlauge-, Heißwasser-, Säure- und Kaltwasserspülung über eine CIP an, wenn die Ventile 17 und 18 angesteuert werden.

Der Vorteil dieses Mehrfachsäulenverfahrens gegenüber dem vorbeschriebenen besteht unter anderem in der vereinfachten Apparatur, weil im Vergleich zur Ausführung nach Fig. 1 Dosierpumpen und Dosiergefäße entfallen und durch die Umschaltung der einzelnen Säulen eine schnelle und wirtschaftliche Filtration erzielt werden kann.

Über die beschriebenen Verfahren hinaus kann mit den erfindungsgemäßen Agglomerations- und Filterhilfsmitteln auch eine kombinierte Stabilisierung und Filtration von Geträn-

ken, wie Bier, Saft, Wein, durchgeführt werden. Hierzu können die Getränke mit einer Kombination von Filterhilfsmitteln aus Zweistoffkomponenten, hergestellt nach den Verfahren der Ansprüche 5 bis 18 mit PVPP-Partikeln, hergestellt insbesondere nach den Verfahren der Ansprüche 2 bis 4, stabilisiert und filtriert werden, wobei Filterhilfsmittel und PVPP-Partikel dem Unfiltratstrom kontinuierlich zudosiert werden, so daß ein Filterkuchen entsteht, der hervorragende Stabilisier- und Filtrationseigenschaften aufweist und der nach Beendigung dieser kombinierten Filtration/Stabilisierung im Filter regeneriert und dann zur erneuten Kombination Filtration/Stabilisierung eingesetzt werden kann.

Bei der Kombination Filtration/Stabilisierung besteht der Vorteil darin, daß mit einem Filtermittel nach dem erfindungsgemäßen Herstellungsverfahren, das gleichzeitig filtrierende und stabilisierende Eigenschaften hat, und einer konstruktiv einfachen Filterausführung in einem Schritt filtrationstechnisch gesehen zum Beispiel Trubstoffe abgeschieden und stabilisierungstechnisch gesehen zum Beispiel Gerbstoffe abgetrennt werden können.

Zusammenfassend ist festzuhalten, daß mit der Erfindung nicht regenerierbare Feinmaterialien, beispielsweise PVPP, in umweltfreundliche, billige regenerierbare Filterhilfs- bzw. Stabilisierungsmittel, insbesondere auch aus unterschiedlichen Ausgangsstoffen, umgewandelt werden können. Beispielsweise läßt sich auch ein aluminiumfreies Anschwemm-Filterhilfsmittel herstellen, das dort eingesetzt werden kann, wo Aluminium als Anschwemmfilterhilfsmittel unerwünscht ist. Erfindungsgemäß hergestellte Hilfsmittel führen zu einer wesentlichen verfahrenstechnischen Verbesserung bei

der Anschwemmfiltration, insbesondere bei der Stabilisierung von Getränken zur Vermeidung von Trübungen. Äußerst vorteilhaft ist, daß sich spezifisch schwere Teilchen und spezifisch leichtere Teilchen im Filtermaterial nicht mehr entmischen, wie dies beispielsweise bei Komponenten aus Aluminium und Polyethylen bisher der Fall war. Die einheitliche Mischdicke und Homogenität gewährleisten den Einsatz auf fast allen Gebieten, insbesondere aber bei Verwendung als regenerierbares Filtermaterial bzw. bei der Anschwemmfiltration. Schließlich ist die Möglichkeit gegeben, durch entsprechende Zusammensetzung der Komponenten, Steuerung der Verfahrensschritte, insbesondere des Erhitzungsvorganges, der Agglomeration, Filterhilfsmittel vorgegebener Formgröße und Permeabilität zu erzeugen, die sich bei Schüttung durch günstige Druckverhältnisse der zu filternden oder zu stabilisierenden Medien und ihre große Homogenität auszeichnen.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Stabilisier- und/oder Filterhilfsmitteln zur Behandlung von Flüssigkeiten, insbesondere Getränken, unter Verwendung feiner bis feinsten organischer und/oder anorganischer körniger Partikel, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel zur Agglomeration in einem ersten Verfahrensschritt gemischt und zusammengepreßt und mindestens bis in die Nähe ihres Schmelzpunktes erhitzt werden, wonach sie bei angepaßter Verweilzeit nach Art einer Sinterung fixiert werden und danach das entstandene Agglomerat in eine seiner Verwendung entsprechende Korngröße gesichtet bzw. in einem Mahlaggregat zerkleinert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung von Getränke-Stabilisierungsmitteln vorbestimmter Korngröße und Stabilität organische körnige Partikel synthetischen Ursprungs, beispielsweise Polyvinylpolypyrrolidon (PVPP) und/oder Kunststoffgranulate, beispielsweise Polyethylengranulat und/oder modifizierte Zellulose, verwendet werden.

3. Verfahren nach Anspruch 2,  
dadurch gekennzeichnet, daß die organischen synthetischen Partikel unterschiedliche Kornfraktionen haben, vorzugsweise zwischen 0,1 µm bis ca. 10 µm und/oder zwischen 10 µm bis ca. 50 µm und/oder größer als 50 µm.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Kompaktierung unterworfen werden, vorzugsweise derart, daß sie in einer einem Kompaktiergerät vorgeschalteten Preßschnecke bei Temperaturen in der Nähe des Schmelzpunktes, beispielsweise von 140 bis 260°C für eine beispielsweise Dauer von 10 bis 120 Minuten vorgepreßt und erhitzt werden und danach einer bestimmten Sinter-temperatur von beispielsweise 160 bis 170°C und einer darauf abgestimmten Verweilzeit von vorzugsweise 0,1 bis 5 Minuten in den Kompaktierwalzen zu Agglomeraten zusammengesintert werden.
5. Verfahren nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet, daß in dem ersten Verfahrensschritt feinkörnige organische Partikel synthetischen Ursprungs, beispielsweise feinkörniges PVPP, mit organischen Fasern synthetischen Ursprungs, beispielsweise Polypropylen (PP) und/oder Polyethylen (PE)-Synthesepulp oder High-Density-Polyethylen (HDPE), High-Density-Polypropylen (HDPP), halogenierte Polyethylene, Polyoxymethylen oder Polyamiden, in einer Misch- oder Homogenisiereinrichtung derart vermischt bzw. homogenisiert werden, daß sich feinste Teilchen der körnigen Partikel (Granulat) adhäsiv an die feuchten Oberflächen der Fasern anlegen und danach bei Temperaturen in der Nähe des Schmelzpunktes der niederschmelzenden Kompo-

nente fixiert und nach Verdampfung des Benetzungswassers die feinen Teilchen zusammengesintert und anschließend in gewünschte Korngrößen zerkleinert werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß anstelle oder in Mischung mit den organischen Partikeln synthetischen Ursprungs nach Anspruch 5 solche natürlichen Ursprungs, beispielsweise Zellstoff- und/oder Stärkepartikel, verwendet werden.
7. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß anstelle oder in Mischung mit den organischen Partikeln synthetischen Ursprungs anorganische Partikel wie Kieselguren, Perlite, hochkalzinierte, lauge- und säurebeständige Oxide, beispielsweise  $\alpha$ -Aluminiumoxid, Zirkoniumdioxid, Titandioxid und/oder Kohlenstoffpartikel, Zeolithe oder dgl., verwendet werden.
8. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß anstelle oder in Mischung mit den organischen Fasern synthetischen Ursprungs nach Anspruch 5 Fasern natürlichen Ursprungs, beispielsweise nahezu lauge- bzw. säurebeständige  $\alpha$ -Zellstofffasern, die vorzugsweise chlor- oder wasserstoffperoxidgebleicht sind bzw. naß und/oder trocken konditioniert sind, verwendet werden und eine Faserlänge von wenigen Mikrometern bis zu 5000  $\mu\text{m}$  sowie eine Faserdicke von etwa 0,1  $\mu\text{m}$  bis 50  $\mu\text{m}$  aufweisen.



9. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet, daß anstelle oder in Mischung mit Fasern nach Anspruch 5 und/oder Anspruch 8 anorganische Fasern verwendet werden, beispielsweise Glasfasern, Kohlenstoff-, Aluminiumoxid- oder Metallfasern, vorzugsweise in Faserlängen von wenigen Mikrometern bis 5000  $\mu\text{m}$  und Faserdicken von etwa 0,1 bis 50  $\mu\text{m}$  oder daß fein gemahlene Edelstahlteilchen in Form von Stäuben oder Partikeln beispielsweise von einer Dicke von 0,1 bis 0,5  $\mu\text{m}$  verwendet werden.
10. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet, daß hydrophile Thermoplastfibrillen mit einem Wassergehalt von 0 bis 60 %, vorzugsweise zwischen 30 bis 50 %, verwendet werden.
11. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet, daß die feinfaserigen Thermoplastfibrillen mit annähernd paralleler Faserlage - also geöffnet - verwendet werden.
12. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Erhitzung der Mischung aus feinkörnigem Material und feuchten, hydrophilen thermoplastischen Fibrillen zwecks Verdampfung des Wasseranteils langsam bei ansteigenden Temperaturen erfolgt.
13. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Thermoplastfibrillen eine Faserlänge von etwa 0,05 bis 5 mm, vorzugsweise zwischen 1 bis 1,5 mm, haben.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet, daß während des Erhitzungs-  
vorganges die Mischung beispielsweise durch Rühren oder  
mittels Wirbelbett in Bewegung gehalten wird, wobei die  
Erhitzungsphase in einer inerten Atmosphäre, beispiels-  
weise in einer Stickstoffatmosphäre, stattfinden kann.
15. Verfahren zur Herstellung von Filterhilfs- und Stabi-  
lisierungsmitteln für Flüssigkeiten, beispielsweise Ge-  
tränke,  
dadurch gekennzeichnet, daß feinkörnige organische  
Partikel synthetischen Ursprungs, beispielsweise  
Polyvinylpolypyrrolidon (PVPP), vorzugsweise mit  
unterschiedlichen Kornfraktionen (kleiner als 1  $\mu\text{m}$  bis  
ca. 10  $\mu\text{m}$ ; größer als 10  $\mu\text{m}$  bis 50  $\mu\text{m}$ ; und größer als 50  
 $\mu\text{m}$ ) oder Kunststoffgranulate, beispielsweise PE-Granulat  
bzw. modifizierte Zellulose mit organischen Fasern  
synthetischen Ursprungs, beispielsweise lauge- und  
säurebeständige Kunststofffasern aus PE, PP, HDPP, HDPE,  
halogenierte Polyethylene, Polyoxymethylene, Polyamide  
und andere, nach vorheriger intensiver Vermischung einer  
Kompaktiermaschine zugeführt werden, wobei die Betriebs-  
temperatur während einer bestimmten Verweilzeit in der  
Nähe der niederschmelzenden Komponente gehalten wird und  
danach das entstandene Agglomerat mit Mahl- und Misch-  
aggregaten in gewünschte Korngrößenfraktionen überführt  
wird.
16. Verfahren nach Anspruch 15,  
dadurch gekennzeichnet, daß feinkörniges PVPP und  
PE-Fasern derart zusammengesintert werden, daß die  
entstandenen Agglomerate eine Größe von 30  $\mu\text{m}$  bis 200  
 $\mu\text{m}$ , vorzugsweise zwischen 60 bis 120  $\mu\text{m}$ , aufweisen.

17. Verfahren zur Herstellung von Stabilisier- und/oder Filterhilfsmitteln zur Behandlung von Flüssigkeiten, beispielsweise Getränken, unter Verwendung feiner organischer und/oder anorganischer körniger Partikel, dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung von Filterhilfsmitteln für die Anschwemm- und/oder Kuchenfiltration körnige organische Partikel natürlichen bzw. synthetischen Ursprungs oder anorganische Partikel, beispielsweise Kieselguren, Perlite, hochkalzinierte Oxide ( $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Zirkoniumdioxid), Kohlenstoffpartikel usw. oder Mischungen hiervon und organische Fasern aus Zellstoff (PE, PP, HDPE, HDPP, Polyamiden und anderen) und/oder anorganischen Fasern aus Glas,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bzw. Metall, beispielsweise Edelstahl von einer Größenordnung von wenigen Mikrometern bis ca. 5000  $\mu\text{m}$  Länge und einer Dicke von ca. 0,5  $\mu\text{m}$  bis 50  $\mu\text{m}$ , in einem Trockenturm oder einer Wirbelschicht mit einem Bindemittel, beispielsweise einem Melamin-Formaldehyd-Harz, einem Epichlorhydrin-Harz oder dgl. besprüht und bei vorbestimmter Temperatur auskondensiert werden, wonach die beschichteten agglomerierten Teilchen in die gewünschte Korngröße, beispielsweise durch Mahlen/Sichten zerkleinert werden.
18. Verwendung von Filterhilfs- und Stabilisiermitteln, hergestellt nach Verfahren entsprechend einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 17 als Anschwemmmittel bei der Filtration von pharmazeutischen oder chemischen Flüssigkeiten oder Getränken.
19. Verwendung von Filterhilfs- und Stabilisiermitteln, hergestellt nach Verfahren entsprechend einem oder

26

mehreren der Ansprüche 1 bis 17 zur Kuchen- und/oder Tiefenfiltration von pharmazeutischen, chemischen Flüssigkeiten oder von Getränken, insbesondere zur Separation von partikulären und/oder kolloidalen Teilchen.

20. Verfahren zur Stabilisierung von Getränken, insbesondere Bier, Saft, Wein oder dgl.,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Getränke mit Stabilisierungsmitteln behandelt werden, die nach den Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 18 hergestellt sind.
21. Verfahren zur Stabilisierung von Getränken nach Anspruch 20,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Stabilisierungsmittel in einer Stabilisier- und Regenerationsanlage (STR) eingesetzt werden.
22. Verfahren zur Stabilisierung von Getränken, beispielsweise Bier, Saft, Wein oder dgl., unter Verwendung von Stabilisier- und/oder Filterhilfsmittel, insbesondere nach den Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 18,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Stabilisier- bzw. Filterhilfsmittel vorzugsweise PVPP-Partikel in einer Filtersäule unter Zudosierung zum Unfiltratstrom angeschwemmt werden, und der angeschwemmte Filterkuchen in Säulenform regeneriert und anschließend in einem Dosiergefäß ausgetragen werden und zur Resuspension derart verwendet werden, daß die PVPP-Partikel erneut in einer Säule angeschwemmt werden, und daß dabei vorzugsweise mindestens zwei Filtersäulen derart kontinuierlich betrieben werden, daß während in der einen Säule gefiltert

27

bzw. stabilisiert, in der anderen regeneriert wird (Fig. 1).

23. Verfahren zur Stabilisierung von Getränken, Bier, Saft Wein oder dgl., unter Verwendung von Stabilisier- und oder Filterhilfsmitteln, insbesondere hergestellt nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Stabilisierungs- und/oder Filterhilfsmitteln in mehr als drei Filtersäulen, beispielsweise bis zu 100 Filtersäulen in der Weise vorgelegt werden, daß eine bestimmte Menge des Unfiltrats solange durch eine der Säulen geleitet wird, bis diese zu etwa 80 % ihres Adsorptionsvermögens erschöpft ist und daß danach der Unfiltratstrom in eine andere Regeneriersäule geleitet wird, bis auch deren Adsorptionsvermögen zu etwa 80 % erschöpft ist und daß in dieser Weise kontinuierlich nach und nach alle regenerierten Säulen zugeschaltet werden, während parallel hierzu die erschöpften Säulen ebenfalls kontinuierlich nacheinander regeneriert werden (Fig. 2).
24. Verfahren zur kombinierten Stabilisierung und Filtration von Getränken, beispielsweise Bier, Saft, Wein, mit Filterhilfs- und Stabilisierungsmitteln nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Getränke derart stabilisiert und filtriert werden, daß Filterhilfsmittel und PVPP-Partikel dem Unfiltratstrom kontinuierlich zudosiert werden und daß nach Beendigung der Kombination Filtration/Stabilisierung der angeschwemmte Filterkuchen im Filter regeneriert und zur erneuten Kombination Filtration/Stabilisierung bereitgestellt wird (Fig. 2).

25. Verwendung von Säulengefäßen zur Stabilisierung und/oder Filterung bzw. zur Regenerierung von Flüssigkeiten, insbesondere Getränken, mittels Filterhilfs- und Stabilisierungsmitteln, hergestellt nach einem oder mehreren der Ansprüchen 1 bis 18.

1/2

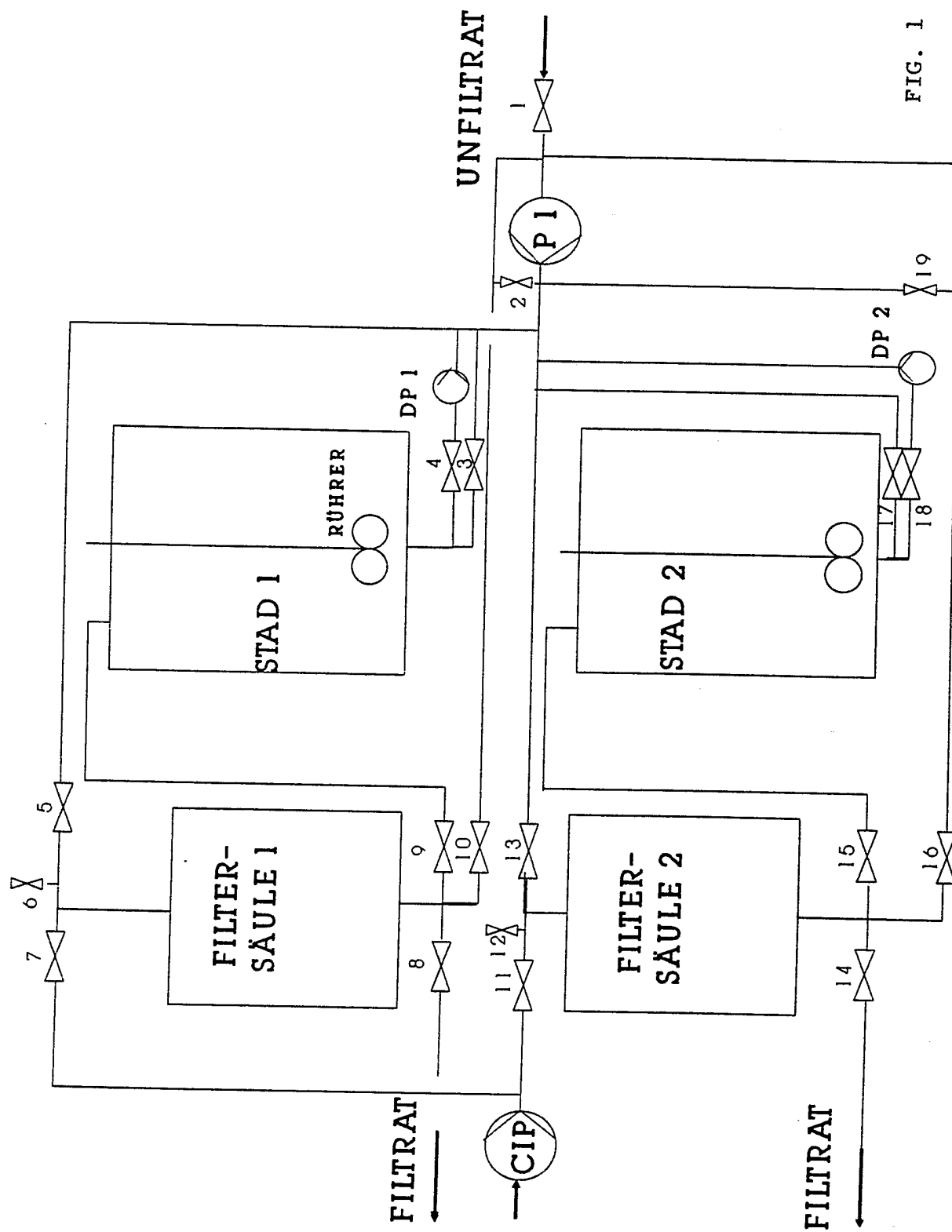


FIG. 1

2/2

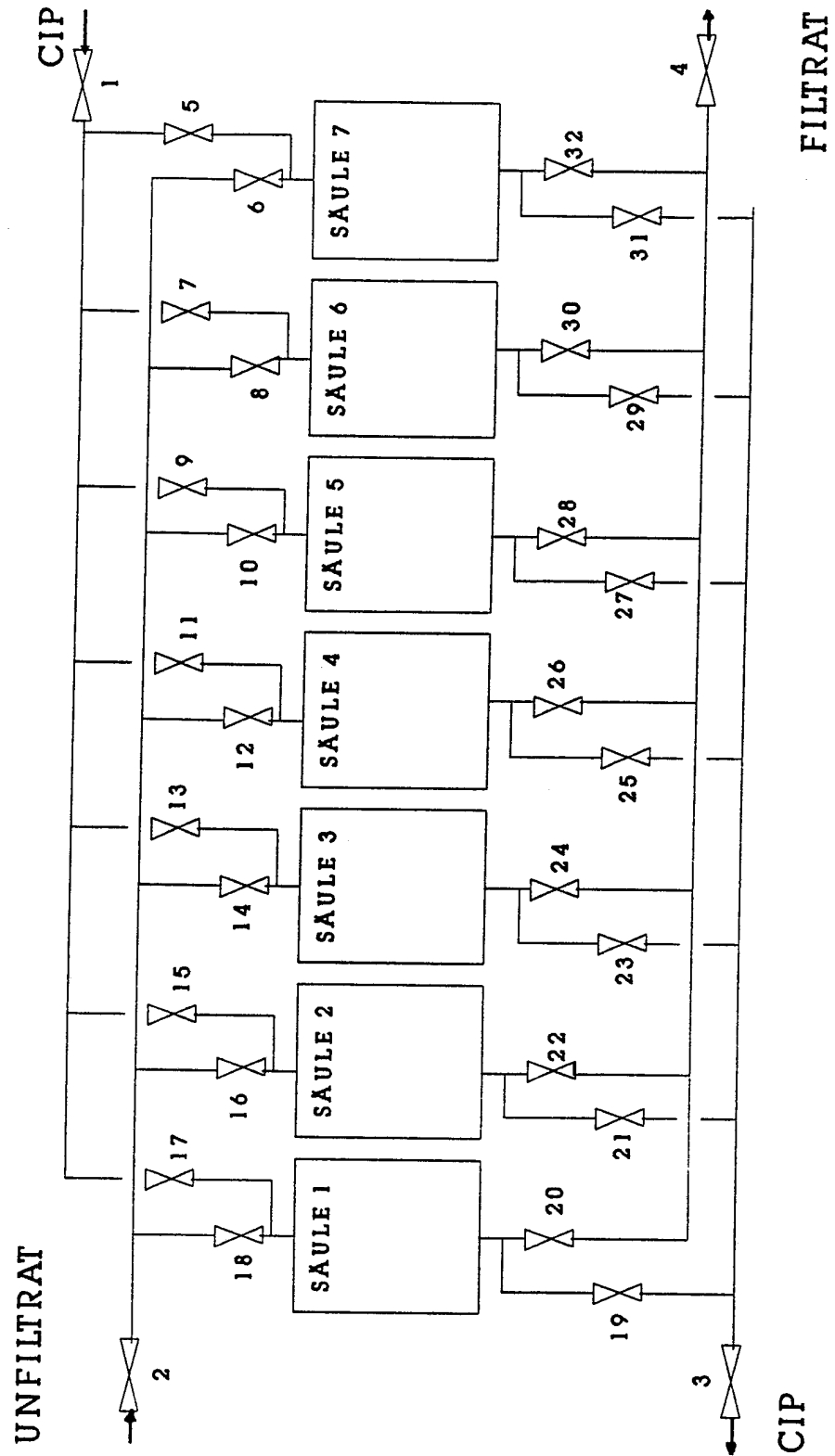


FIG. 2



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No **PCT/EP 91/01815**

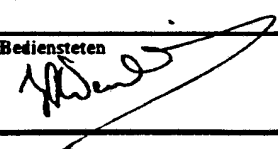
<b>I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> (if several classification symbols apply, indicate all) <sup>6</sup>		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int.Cl. 5    B01J20/28;    B01J20/22;    C12H1/04		
<b>II. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum Documentation Searched <sup>7</sup>		
Classification System	Classification Symbols	
Int.Cl. 5	B01J;    C12H	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched <sup>8</sup>		
<b>III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <sup>9</sup></b>		
Category <sup>*</sup>	Citation of Document, <sup>11</sup> with indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>12</sup>	Relevant to Claim No. <sup>13</sup>
A	US, A, 3 172 935 (HOFFMAN) 9 March 1965 see column 6, line 28 - line 66 -----	1
A	EP, A, 0 159 696 (PALL CORP) 30 October 1985 see page 22; claim 1 -----	1
A	DE, A, 1 907 610 (SUHNER) 21 January 1971 -----	
A	DE, A, 3 015 439 (BAYER) 29 October 1981 see page 1 - page 2; claims 1-10 -----	1
A	CH, A, 620 133 (FILTROX MASCHINENBAU) 14 November 1980 see page 8, line 36 - line 51 -----	1
A	DE, A, 2 648 978 (SCHENK FILTERBAU) 3 May 1978 -----	
A	FR, A, 2 520 752 (W. R. GRACE) 5 August 1983 see page 17 - page 18; claims 1-9 -----	1
A	FR, A, 2 298 965 (ERBSLOCH) 27 August 1976 -----	
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p><sup>*</sup> Special categories of cited documents: <sup>10</sup></p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p> </div> </div>		
<b>IV. CERTIFICATION</b>		
Date of the Actual Completion of the International Search		Date of Mailing of this International Search Report
11 December 1991 (11.12.91)		7 January 1992 (07.01.92)
International Searching Authority		Signature of Authorized Officer
EUROPEAN PATENT OFFICE		

**ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT  
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.**

EP 9101815  
SA 51445

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.  
The members are as contained in the European Patent Office EDP file on  
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information. 11/12/91

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-3172935		None	
EP-A-0159696	30-10-85	CA-A- 1237116	24-05-88
		GB-A- 2158057	06-11-85
		JP-A- 60238145	27-11-85
		US-A- 4664683	12-05-87
DE-A-1907610	21-01-71	None	
DE-A-3015439	29-10-81	None	
CH-A-620133	14-11-80	None	
DE-A-2648978	03-05-78	None	
FR-A-2520752	05-08-83	AU-B- 549539	30-01-86
		AU-A- 8804782	11-08-83
		CA-A- 1178222	20-11-84
		DE-A- 3302258	11-08-83
		JP-A- 58138364	17-08-83
FR-A-2298965	27-08-76	DE-A- 2503614	05-08-76
		AT-B- 342539	10-04-78
		BE-A- 838002	14-05-76
		CH-A- 618735	15-08-80
		GB-A- 1531852	08-11-78
		NL-A- 7600847	02-08-76

<b>I. KLASSEIFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS</b> (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben) <sup>6</sup>		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
Int.Kl. 5 B01J20/28; B01J20/22; C12H1/04		
<b>II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE</b>		
Recherchierter Mindestprüfstoff <sup>7</sup>		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int.Kl. 5	B01J ; C12H	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen <sup>8</sup>		
<b>III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN</b> <sup>9</sup>		
Art. <sup>9</sup>	Kennzeichnung der Veröffentlichung <sup>11</sup> , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile <sup>12</sup>	Betr. Anspruch Nr. <sup>13</sup>
A	US,A,3 172 935 (HOFFMAN) 9. März 1965 siehe Spalte 6, Zeile 28 - Zeile 66 ---	1
A	EP,A,0 159 696 (PALL CORP.) 30. Oktober 1985 siehe Seite 22; Anspruch 1 ---	1
A	DE,A,1 907 610 (SUHNER) 21. Januar 1971 ---	
A	DE,A,3 015 439 (BAYER) 29. Oktober 1981 siehe Seite 1 - Seite 2; Ansprüche 1-10 ---	1
A	CH,A,620 133 (FILTROX MASCHINENBAU) 14. November 1980 siehe Seite 8, Zeile 36 - Zeile 51 ---	1
A	DE,A,2 648 978 (SCHENK FILTERBAU) 3. Mai 1978 ---	
A	FR,A,2 520 752 (W. R. GRACE) 5. August 1983 siehe Seite 17 - Seite 18; Ansprüche 1-9	1
<p><sup>10</sup> Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen <sup>10</sup> :---</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" <del>---</del> Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
<b>IV. BESCHEINIGUNG</b>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts	
2 11. DEZEMBER 1991	07. 01. 92	
Internationale Recherchenbehörde	Unterschrift des bevollmächtigten Bediensteten	
EUROPAISCHES PATENTAMT	WENDLING J.P. 	

III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN (Fortsetzung von Blatt 2)		
Art *	Kennzeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	FR,A,2 298 965 (ERBSLOCH) 27. August 1976 ---	

**ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 9101815  
SA 51445

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

11/12/91

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US-A-3172935		Keine	
EP-A-0159696	30-10-85	CA-A- 1237116	24-05-88
		GB-A- 2158057	06-11-85
		JP-A- 60238145	27-11-85
		US-A- 4664683	12-05-87
DE-A-1907610	21-01-71	Keine	
DE-A-3015439	29-10-81	Keine	
CH-A-620133	14-11-80	Keine	
DE-A-2648978	03-05-78	Keine	
FR-A-2520752	05-08-83	AU-B- 549539	30-01-86
		AU-A- 8804782	11-08-83
		CA-A- 1178222	20-11-84
		DE-A- 3302258	11-08-83
		JP-A- 58138364	17-08-83
FR-A-2298965	27-08-76	DE-A- 2503614	05-08-76
		AT-B- 342539	10-04-78
		BE-A- 838002	14-05-76
		CH-A- 618735	15-08-80
		GB-A- 1531852	08-11-78
		NL-A- 7600847	02-08-76